

JP 6-287365

[Title of the Invention]

ULTRA-FINE PARTICLE DISPERSED MOLDED ARTICLE

[ABSTRACT]

[Object] An ultra-fine particle dispersed fiber and resin-molded article both having excellent uniformity are provided.

[Constitution]

A fiber or resin molded article comprises ultra-fine particles which are independently present therein, have a uniform particle diameter of less than 200 nm and 1 nm (Note: should be not less than 1 nm) and are hardly aggregated. A typical method of preparing the fiber or resin molded article comprises containing a metal salt or the like into a polymer used as a raw material, reducing the metal salt with heat treatment and thereby preparing uniform ultra-fine particles in the polymeric raw material, and thereafter preparing a fiber or resin molded article using this raw material.

[Claim]

1. A molded article comprising ultra-fine particles which are dispersed in the article and have an average particle diameter of less than 200 nm and not less than 1 nm, wherein the particle diameter distribution and the dispersed condition of the ultra-fine particles are uniformly maintained.

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of Application in Industry]

The present invention relates to a fiber and resin

molded article in which ultra-fine particles are dispersed uniformly. Adding ultra-fine particles to a fiber or resin molded article imparts various functions, for example, antibacterial properties, fungus resistance, deodorant properties, flame retardant properties, ultraviolet light protection, thermal storage properties, improvement of surface characteristics, sensation of coolness and the like.

[0002]

[Prior Art]

Conventionally, imparting of various functions has been conducted by adding inorganic fine particles having a particle diameter of several microns into fibers or resin-molded particles. For example, the addition of the inorganic particles is conducted in order to impart antibacterial properties, fungus resistance, deodorant properties, flame retardant properties, ultraviolet light protection, thermal storage properties, improvement of surface characteristics, sensation of coolness and the like.

[0003]

However, in the case of using ultra-fine particles having an average particle diameter of less than 200 nm, the ultra-fine particles are aggregated in the step of adding them to fibers or resin molded articles during preparing the fibers or the molded articles, so that it becomes difficult to uniformly disperse the ultra-fine particles therein.

[0004]

[Problem to be Solved by the Invention]

It is an object of the present invention to provide an ultra-fine particle dispersed fiber and an ultra-fine particle dispersed resin-molded article each having excellent uniformity.

[0005]

[Means for solving the Problem]

When fibers or resin-molded articles are prepared, in the step of melting and kneading and other steps, ultra-fine particle powder is added directly to cause aggregation of ultra-fine particles and thereby the ultra-fine particles are not dispersed uniformly. However, the present inventor found that ultra-fine particles are prepared in a polymer, which is a raw material for molded articles and thereby a uniform dispersion state can be attained. Thus, the present invention has been accomplished.

[0006]

That is, the molded article of the present invention comprises ultra-fine particles, which are dispersed therein, and have an average particle diameter of less than 200 nm and not less than 1 nm, and the particle distribution and the dispersion condition of the ultra-fine particles are uniformly maintained. The molded articles of the present invention are fibers and resin-molded articles. Examples of the fibers may include natural fibers such as cotton, wool, silk, hemp or the like, regenerated fibers such as rayon fiber, cuprammonium rayon fiber or the like, synthetic fibers such as acetate fiber, vinylon fiber, nylon fiber, vinylidene fiber, polyvinyl chloride fiber, polyester fiber, polyethylene fiber, acryl fiber, polypropylene fiber or the like and inorganic fibers such as glass fiber or the like.

[0007]

Usable examples of the resin may include thermoplastic resins, thermosetting resins and the like. Specific examples of the thermoplastic resin may include AAS resin, AES resin, AS resin, isobutylene-maleic anhydride copolymer resin, ABS resin, ACS resin, ethylene-

polyvinyl chloride copolymer resin, vinylidene chloride resin, vinyl chloride resin, coumarone resin, ketone resin, vinyl acetate resin, phenoxy resin, butadiene resin, fluorine resin, polyacetal resin, polyamide, polyamide imide, polyarylate, polyether imide, polyether ether ketone, polyethylene, polyethylene terephthalate, polycarbonate, polystyrene, polysulfone, polyparamethyl styrene, polyvinyl alcohol, polyvinyl ether, polyvinyl butyral, polyvinyl formal, polyphenylene ether, polyphenylene sulfide, polypropylene, polymethylpentene, methacryl resin, liquid crystal polymer and the like.

[0008]

Examples of the thermosetting resin may include DFK resin, epoxy resin, xylene resin, phenol resin, polyimide, polyurethane, melanin resin, urea resin, vinyl ester resin, unsaturated polyester resin and the like. Further examples thereof may include natural polymers such as methyl cellulose, ethyl cellulose, acetate plastics, acetic acid cellulose.

[0009]

The resin molded articles of the present invention are resin molded articles having various shapes by molding the above described resin with a molding method such as injection molding, extrusion molding, compression molding or the like. Although the materials of the ultra-fine particles of the present invention are not particularly limited, examples thereof may include metals, semiconductors, oxides, sulfides, organic matters and the like. Further, preferable examples thereof may include metals such as silver, gold, copper, palladium, rhodium, platinum or the like, oxides such as silver oxide, copper oxide, titanium oxide, zinc oxide or the like, and semiconductors such as cadmium sulfide, cadmium selenide,

zinc sulfide, zinc selenide, silicon, germanium or the like. More preferable examples thereof may include metals such as silver, gold, copper, palladium, rhodium, platinum or the like and oxides such as silver oxide, copper oxide or the like.

[0010]

The average particle diameter was measured in the following manner. The fiber or resin molded article prepared was cut using an ultra-microtome to prepare an ultra thin slice, this slice was mounted on a collodion support membrane-clad copper-made grid and subjected to carbon deposition treatment to prepare a sample for observation with a transmission electron microscope. The thickness of the ultra-fine slice is not less than 50 nm and not more than 100 nm. The observation was carried out using the transmission electron microscope (JEM-4000FX manufactured by JEOL Co., Ltd.) by application of an accelerating voltage of 200 kV, at an observation magnification of 50000 or 100000 and the photograph magnified at 200000 times or 400000 times was used. Next, using this photograph, the diameters of 100 neighboring ultra-fine particles present in a definite range of the photograph of an image analysis apparatus were measured and the arithmetic average determined from the diameters was taken as an average particle diameter. When the number of the ultra-fine particles present in the photograph was less than 100, 100 particles were prepared by using necessary sheets of the transmission electron microscope photographs present in different positions and the average thereof was taken as an average particle diameter.

[0011]

The fact that the particle diameter distribution is uniform means that when the average particle diameter is

indicated with R, not less than 50 % of the ultra-fine particles measured have a diameter distributed in the range of not less than 0.5 R and not more than 1.5 R. In the case where the particle diameter distribution is more uniform, not less than 75 % of the ultra-fine particles have a diameter distributed in the above range. The fact that the dispersion state is uniform means that in the electron microscope photograph for measuring average particle diameter, the number of overlapped particles is not more than 30 among 100 particles used in average particle diameter measurement. In the case where the dispersion state is more uniform, the number of overlapped particles is not more than 10.

[0012]

The parts where the dispersion state is uniform may be localized. Of course, all the parts where the dispersion state is uniform may be uniform. The fact that the parts are localized means that for example, ultra-fine particles are present only on the surface and its vicinity or only on the center and its vicinity and in the above parts, the dispersion state is uniform. Of course, the amount of ultra-fine particles in a material varies depending on the kind of the material in which the ultra-fine particles are dispersed, or the aimed performance for the material. For example, in the case where the ultra-fine particles are dispersed in polymers such as a fiber or a resin, the amount thereof is not more than 5 wt% and not less than 0.1 ppm.

[0013]

In the present invention, the ultra-fine particles need to have an average particle diameter of less than 200 nm and not less than 1 nm. At present, ultra-fine particles having an average particle diameter of less than

1 nm have not been prepared in the above dispersion state. The measures for attaining the above dispersion state and particle diameter distribution are not particularly limited as long as the above conditions can be attained. Preferable examples of the measure may include a method of preparing ultra-fine particles in a solid phase of a polymer, which is a raw material for preparing a fiber or resin molded article and other methods. For example, it is possible to use a method such that a polymer raw material such as polymer pellets in which a metal salt, a reducing agent and the like are dissolved or incorporated is treated with heat to carry out reduction in the polymer raw material and thereby the ultra-fine particles are prepared within the polymer raw material. Further, it is also possible to use a method such that a polymer soluble in a solvent is dissolved in the solvent and then a metal salt and a reducing agent are added, and ultra-fine particles are prepared with reduction reaction, thereafter the solvent is removed and thereby a polymer raw material in which the ultra-fine particles are dispersed is prepared, and a method such that only a metal salt is dissolved or incorporated in a polymer raw material and subjected to heat treatment to reduce the metal salt, and thereby ultra-fine particles are prepared in the polymer raw material.

[0014]

Furthermore, this polymer raw material can be processed into a fiber. In addition, the polymer raw material can be made into various resin molded articles by subjecting it to injection molding, extrusion molding, blow molding or the like. In the case where the ultra-fine particles are dispersed on the surface of a fiber, resin molded article or the like, the metal salt and the like are directly incorporated in the fiber, resin molded article or

the like and subjected it to heat treatment or reduction treatment and thereby the ultra-fine particles can be dispersed on the surface thereof in a high concentration.

[0015]

[Example]

The present invention will be described in more detail with reference to the following examples, but the present invention should not be limited by these examples.

[0016]

Example 1

A master batch was prepared in the following manner. A coating solution having the composition as shown below was prepared.

| | |
|---|--------|
| Polystyrene | 10 g |
| Silver heptafluorobutyrate | 0.01 g |
| 2-t-Butyl-6-(3-t-butyl-2-hydroxy-5-methylbenzyl)-4-methyl phenyl acrylate | 0.02 g |
| Methyl ethyl ketone | 60 g |
| Toluene | 30 g |

The coating solution was filtered off through a filter having an average pore diameter of 0.2 μm and then uniformly applied using a blade coater on a polyethylene terephthalate (PET) film in a thickness such that the dried film thickness was 6 μm and dried naturally. Thereafter, the film was heat treated at 150°C for 30 minutes using an oven, and then the styrene membrane was released from the PET film and this styrene membrane was taken as a master batch. This master batch was mixed with polystyrene so that the silver amount was 0.05 wt%, and injection molded to prepare a sample for evaluating antibacterial properties.

[0017]

The particle diameter was measured using an electron

microscope photograph and it was found that the average particle diameter was 9 nm. Further, all of 100 silver fine particles measured were independently dispersed. With regard to the particle diameter distribution, 85 % of the particles were present in the particle diameter range of not less than 4.5 nm and not more than 13.5 nm.

[0018]

Example 2

A master batch was prepared in the following manner. A solution having the composition as shown below was prepared.

| | |
|-------------------------|-------|
| Silver trifluoroacetate | 0.1 g |
| Methanol | 15 g |

To this solution, pellets of nylon 6 were immersed overnight, and thereafter, the pellets were taken out from the solution and the solvent was removed. The pellets were heat-treated using an oven at 150°C for 30 minutes. Using this master batch, nylon 66 chips were mixed in an amount such that the silver amount was about 0.01 wt% to prepare a yarn of 10 deniers. Thereafter, using this yarn, a cloth was prepared. The particle diameter was measured using the electron microscope photograph thereof and it was found that the average particle diameter was 19 nm. Further, all of the 100 silver fine particles measured were independently dispersed. With regard to the particle diameter distribution, 75 % of the ultra-fine particles were present in the particle diameter range of not less than 9.5 nm and not more than 28.5 nm.

[0019]

Example 3

The coating solution comprising the following components was prepared.

| | |
|---------------------------|-------|
| Sodium gold acid chloride | 0.1 g |
|---------------------------|-------|

| | |
|-------------------|-------|
| Polyurethane | 100 g |
| Isopropyl alcohol | 700 g |
| Methyl alcohol | 100 g |
| Toluene | 400 g |

This coating solution was filtered off through a filter having an average pore diameter of 0.2 μm and then uniformly applied using a blade coater on a cloth of nylon 6 (Article number 1162 manufactured by Asahi Kasei Corporation) in a thickness such that the dried film thickness was 6 μm and dried at a temperature of 30°C at a humidity of 45 %RH. Thereafter, this sample was heated at 150°C for 20 minutes. From this sample, a slice for transmission electron microscope was prepared using a microtome and was observed using the transmission electron microscope. The inspection with the transmission electron microscope was carried out using the electron microscope H-500 manufactured by Hitachi, Ltd. The diameters of 100 gold fine particles were measured from the photograph and it was found that the arithmetical average particle diameter was 28 nm. Among the 100 gold fine particles, 95 gold fine particles were independently dispersed. With regard to the particle diameter distribution, 90 % of the ultra-fine particles were present in the range of not less than 14 nm and not more than 42 nm.

[0020]

[Effect of the Invention]

The present invention can provide a new fiber and a new resin molded article with high uniformity of ultra-fine particles each having a sharp ultra-fine particle diameter distribution, less aggregation of ultra-fine particles and existing independently.

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-287355

(43)公開日 平成6年(1994)10月11日

(51)Int.Cl⁵

C 0 8 K 7/16
B 2 2 F 1/00

識別記号

K C L
G

庁内整理番号

7242-4 J

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全 4 頁)

(21)出願番号

特願平5-76812

(71)出願人 000000033

旭化成工業株式会社

大阪府大阪市北区堂島浜1丁目2番6号

(22)出願日

平成5年(1993)4月2日

(72)発明者 小川 周一郎

静岡県富士市駒島2番地の1 旭化成工業
株式会社内

(54)【発明の名称】超微粒子分散成形物

(57)【要約】

【目的】均一性の優れた超微粒子分散繊維及び樹脂成形物を提供する。

【構成】超微粒子の粒径が200nm未満1nmで粒径が揃って均一であり、かつ凝集が少なく、超微粒子が繊維あるいは樹脂成形物中で独立に存在していることを特徴とする繊維あるいは樹脂成形物である。代表的な作製方法は、原料の高分子中に金属塩などを含有させたのち、加熱処理により金属塩を還元することによって高分子原料中に均一な超微粒子を作製した後、この原料を用いて、繊維や樹脂成形物を作製する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 平均粒径が200nm未満1nm以上の超微粒子が分散している成形物において、超微粒子の粒径分布及び分散状態が均一に維持されていることを特徴とする成形物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は超微粒子が均一に分散している繊維と樹脂成形物に関する。繊維や樹脂成形物に超微粒子を添加することにより、様々な機能、例えば、抗菌性・防カビ性・防臭性、難燃性、紫外線防止、蓄熱性、表面性の改善、清涼感等を付与することが行われる。

【0002】

【従来の技術】粒径がミクロンオーダーの無機微粒子を繊維や樹脂成形物に添加することにより、様々な機能を付与することが、従来より行われている。例えば、抗菌性・防カビ性・防臭性、難燃性、紫外線防止、蓄熱性、表面性の改善、清涼感の付与などである。

【0003】しかしながら、平均粒径が200nm未満の超微粒子を用いた場合、繊維や樹脂成形物に添加する際に超微粒子が繊維や成形物の作製時に凝集してしまい、均一に分散させることが困難であった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、均一性の優れた超微粒子分散繊維及び樹脂成形物を提供することを目的とする。

【0005】

【課題を解決するための手段】繊維や樹脂成形物を作製する際の溶融混練工程などの工程に於いて直接に超微粒子粉体を添加すると、超微粒子が凝集してしまい、超微粒子が均一に分散していない。ところが、成形物の原料である高分子中で直接超微粒子を作製すると均一な分散状態を実現できることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0006】すなわち、本発明は平均粒径が200nm未満1nm以上の超微粒子が分散している成形物において、超微粒子の粒径分布及び分散状態が均一に維持されていることを特徴とする成形物である。本発明において、成形物とは繊維及び樹脂成形物である。繊維としては綿、羊毛、絹、麻などの天然繊維、レーヨン繊維、キュプラ繊維などの再生繊維、アセテート繊維、ビニロン繊維、ナイロン繊維、ビニリデン繊維、ポリ塩化ビニル繊維、ポリエステル繊維、ポリエチレン繊維、アクリル繊維、ポリプロピレン繊維などの合成繊維及びガラス繊維などの無機繊維などを挙げることができる。

【0007】樹脂としては、熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂などを用いることができる。具体的には熱可塑性樹脂としては、AAS樹脂、AES樹脂、AS樹脂、イソフチレン-無水マレイン酸共重合樹脂、ABS樹脂、AC

S樹脂、エチレン-塩ビ共重合樹脂、塩化ビリニデン樹脂、塩化ビニル樹脂、クマロン樹脂、ケトン樹脂、酢酸ビニル樹脂、フェノキシ樹脂、ブタジエン樹脂、フッ素樹脂、ポリアセタール、ポリアミド、ポリアミドイミド、ポリアリレート、ポリエーテルイミド、ポリエーテルエーテルケトン、ポリエチレン、ポリエチレンテレフタレート、ポリカーボネート、ポリスチレン、ポリサルホン、ポリパラメチルスチレン、ポリビニルアルコール、ポリビニルエーテル、ポリビニルブチラール、ポリビニルホルマール、ポリフェニレンエーテル、ポリフェニレンサルファイド、ポリプロピレン、ポリメチレベンテン、メタクリル樹脂、液晶ポリマーなどを挙げることができる。

【0008】熱硬化性樹脂としては、DFK樹脂、エポキシ樹脂、キシレン樹脂、フェノール樹脂、ポリイミド、ポリウレタン、メラニン樹脂、ユリア樹脂、ビニルエステル樹脂、不飽和ポリエステル樹脂などを挙げることができる。更にメチセルロース、エチセルロース、アセテートプラスチック、酢酸セルロースなどの天然高分子を挙げることができる。

【0009】本発明の樹脂成形物とは上記樹脂を射出成形、押し出し成形、圧縮成形などの成形法を用いて様々な形に成形した樹脂成形物である。本発明の超微粒子の材質としては特に限定されないが、金属、半導体、酸化物、硫化物、有機物などが挙げられる。好ましくは銀、金、銅、パラジウム、ロジウム、白金などの金属や酸化銀、酸化銅、酸化チタン、酸化亜鉛などの酸化物、硫化カドミウム、セレン化カドミウム、硫化亜鉛、セレン化亜鉛、シリコン、ゲルマニウムなどの半導体を挙げることができる。より好ましくは銀、金、銅、パラジウム、ロジウム、白金などの金属や酸化銀、酸化銅などの酸化物である。

【0010】平均粒径は、次のように測定した。作製した繊維や樹脂成形物をウルトラミクロトームを用いて、超薄切片を作製し、この切片をコロジオン支持膜を張り付けた銅製グリッド上に載物し、カーボン蒸着処理を行って透過型電子顕微鏡観察用試料とした。超薄切片の厚みは50nm以上100nm以下である。透過型電子顕微鏡（日本電子（株）製 JEM-4000EX）を用いて、加速電圧200kVで観察倍率5万倍あるいは10万倍で行い、写真倍率20万倍あるいは40万倍にした写真を用いた。次に、この写真を用いて、画像解析装置写真中の一定範囲内の近接する超微粒子100個の直径を測定し、その算術平均を平均粒径とした。但し、写真内に超微粒子が100個に満たない場合は、異なる場所の透過型電子顕微鏡写真を必要枚数用いて100個にし、平均粒径とした。

【0011】粒径分布が均一であるとは、平均粒径Rとしたときに、測定した超微粒子の直径が0.5R以上1.5R以下の範囲に、測定した超微粒子の50%以上

が存在していることを意味する。より粒径分布が均一な場合は75%以上が存在している。分散状態が均一であるとは、平均粒径測定用の電子顕微鏡写真において、平均粒径測定に使用した100個の粒子のうち、重なっている粒子が30個以下である状態である。より分散状態が均一である場合は重なっている粒子が10個以下である。

【0012】分散状態が均一な部分は局在化していても構わない。もちろん、全体の分散状態が均一であっても一向に構わない。局在化しているとは、例えば、表面付近にのみあるいは中央付近にのみ、超微粒子が存在し、その部分で上記の分散状態が均一であることを意味している。材料中の超微粒子の量としては、何に分散するかによってまた、どのような性能を与えるかによって当然異なる。たとえば繊維や樹脂などの高分子に分散する場合は5wt%以下0.1ppm以上である。

【0013】本発明において、超微粒子の平均粒径は200nm未満1nm以上であることが必要である。平均粒径が1nm未満の超微粒子は上述のような分散状態では現在作製できていない。上記の分散状態や粒径分布を達成するための手段としては、上記の条件が達成できれば特に限定されないが、好ましい方法としては繊維や樹脂成形物を作製するための原料である高分子固相中で超微粒子を作製する方法などを挙げることができる。例えば、金属塩と還元剤などを溶解あるいは含浸させた高分

| | |
|---|--------|
| ポリスチレン | 10 g |
| ヘプタフルオロ酢酸銀 | 0.01 g |
| 2-t-ブチル-6-(3-t-ブチル-2-ヒドロキシ-5-メチルベンジル)-4-メチルフェニルアクリレート | 0.02 g |
| メチルエチルケトン | 60 g |
| トルエン | 30 g |

この塗布液を平均孔径0.2μmのフィルターを通してろ過した後、プレードコータを用いて乾燥後の膜厚が6μmになるように、ポリエチレンテレフタレート(PET)フィルム上に均一に塗布し、自然乾燥させた。その後オープンを用いて150℃で30分間加熱処理をした後、スチレン膜をPETフィルムから剥離させ、このスチレン膜をマスター・パッチとした。このマスター・パッチを用いて、銀量が0.05wt%になるようにポリスチレンと混ぜて、射出成形をおこない、抗菌性評価サンプルを作製した。

【0017】電子顕微鏡写真を用いて、粒径を測定したところ平均粒径は9nmであった。また、測定した100個の銀微粒子はすべて独立に分散していた。粒径分布に関しては粒径は4.5nm以上13.5nm以下の範囲に85%の粒子が存在していた。

【0018】

【実施例2】次のようにしてマスター・パッチを作製した。下記に示す組成の液を作製した。

トリフルオロ酢酸銀 0.1 g

子ペレットなどの高分子原料を加熱処理することにより、高分子原料中で還元させ、高分子原料内に超微粒子を作製する方法を用いることができる。また、溶剤に可溶な高分子を溶剤に溶解させた後、金属塩と還元剤を添加して還元反応により超微粒子を作製し、その後溶剤を除去させ、超微粒子が分散した高分子原料を作製する方法、高分子原料中に金属塩のみを溶解あるいは含浸させたのち、加熱処理することにより、金属塩を還元させ超微粒子を高分子原料中に作製する方法を用いることができる。

【0014】そして、この高分子原料を用いて、繊維に加工することもできる。また、この高分子原料を用いて、射出成形、押し出し成形、プロウ成形などを行うことにより、様々な樹脂成形品を作製することができる。繊維や樹脂成形品などの表面に超微粒子を分散させる場合には、繊維や樹脂成形品などに直接金属塩などを含浸させ、加熱処理あるいは、還元処理をすることにより、表面に高濃度に分散させることも可能である。

【0015】

【実施例】以下の実施例によって本発明を更に詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例によって限定されるものではない。

【0016】

【実施例1】次のようにしてマスター・パッチを作製した。下記に示す組成の塗布液を作製した。

| | | |
|--------|-------|------|
| 10 g | メタノール | 15 g |
| 0.01 g | | |
| 0.02 g | | |
| 60 g | | |
| 30 g | | |

この液に一晩ナイロン6のペレットを浸漬させた後、溶液からペレットを取り出し、溶媒を除去した後、オープンを用いて150℃で30分間加熱処理をした。このマスター・パッチを用いて、銀量が約0.01wt%になるようナイロン66チップを混ぜて、10デニールの糸を作製した。その後、この糸を用いて布を作製した。電子顕微鏡写真を用いて、粒径を測定したところ平均粒径は19nmであった。測定した銀微粒子100個すべては独立に分散していた。粒径分布に関しては、粒径が9.5nm以上28.5nm以下の範囲に75%の超微粒子が存在していた。

【0019】

【実施例3】下記の成分からなる塗工液を作製した。

| | |
|-------------|-------|
| 塩化金酸ナトリウム | 0.1 g |
| ポリウレタン | 100 g |
| イソブロピルアルコール | 700 g |
| メチルアルコール | 100 g |
| トルエン | 400 g |

この塗工液を平均孔径 $0.2\text{ }\mu\text{m}$ のフィルターを通してろ過した後、ブレードコータによって乾燥後、膜厚 $6\text{ }\mu\text{m}$ になるように、旭化成製のナイロン6（品番1162）布上に均一に塗布し、温度 30°C 、湿度45%RHの条件で乾燥した。このサンプルを 150°C で20分間加熱した。このサンプルをミクロトーム用いて透過型電子顕微鏡用切片を作製し、電子顕微鏡を用いて観察した。電子顕微鏡は（株）日立製作所製H-500を用いて検鏡した。写真より100個の金微粒子の直径を測定

したところ算術平均粒径は 28 nm であった。100個の金微粒子は95個が独立に分散していた。粒径分布に関しては、 14 nm 以上 42 nm 以下の範囲に90%の超微粒子が存在していた。

【0020】

【発明の効果】超微粒子の粒径分布がシャープであり、かつ超微粒子の凝集が少なく独立に存在している均一性の高い新しい繊維や樹脂成形物を提供することができる。

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.